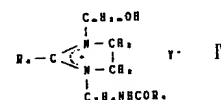
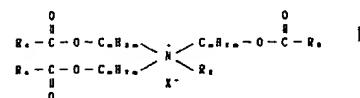
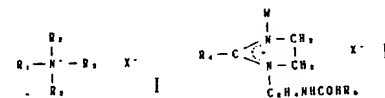


(54) FLEXIBILIZING FINISH

- (11) 3-287867 (A) (43) 18.12.1991 (19) JP
 (21) Appl. No. 2-86983 (22) 30.3.1990
 (71) KAO CORP (72) MASAOKI YAMAMURA(2)
 (51) Int. Cl⁵. D06M13/46, D06M15/643

PURPOSE: To provide the title finish good in storage stability and capable of giving textiles flexibility, antistatic nature and elasticity, consisting of an aqueous dispersion containing, as the essential components, each specific plural kinds of quaternary ammonium salt and imidazoline-based compound with the weight ratios specified.

CONSTITUTION: The objective finish consisting of an aqueous dispersion containing, as the essential components, (A) a quaternary ammonium salt of formula I (R_1 is 12-22C alkyl or alkenyl; R_2 and R_3 are each methyl, ethyl, hydroxyethyl, etc.; X is halogen, etc.), (B) a compound of formula II (R_4 and R_5 are each 11-22C alkyl or alkenyl; W is methyl or ethyl), (C) another quaternary ammonium salt of formula III (R_6 is the same as R_4 ; Y is halogen, etc.) and (D) a compound of formula IV (R_7 is the same as R_4 ; Z is halogen, etc.) with the weight ratios satisfying the relationships V-VIII and a total of the components A-D accounting for 4-40wt.% of the final finish.



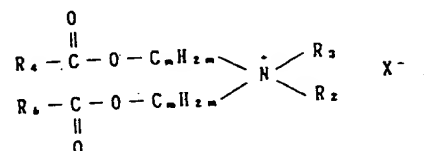
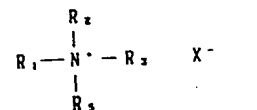
- (a) / ((a) + (b) + (c) + (d)) = 0.2 / 100 ~ 5 / 100 V
 (b) / ((a) + (b) + (c) + (d)) = 5 / 100 ~ 90 / 100 VI
 (c) / ((a) + (b) + (c) + (d)) = 0.2 / 100 ~ 18 / 100 VII
 (d) / ((a) + (b) + (c) + (d)) = 5 / 100 ~ 90 / 100 VIII

(54) FLEXIBILIZING FINISH

- (11) 3-287868 (A) (43) 18.12.1991 (19) JP
 (21) Appl. No. 2-86984 (22) 30.3.1990
 (71) KAO CORP (72) MASAOKI YAMAMURA(2)
 (51) Int. Cl⁵. D06M13/46, D06M15/643

PURPOSE: To provide the title finish capable of giving various textiles adequate flexibility and antistatic nature and excellent elasticity, consisting of an aqueous dispersion containing, as the essential components, a cationic compound and specific cationic surfactant(s).

CONSTITUTION: The objective finish containing (A) a cationic compound having such a structure as to have positrons which can be delocalized over at least three atoms essentially containing sp^2 carbon atoms and also having at least one 11-22C long chain alkyl or alkenyl which may carry linking group and (B) when the number of the above long chain alkyl or alkenyl is one, at least one kind of cationic surfactant of formula I and/or II (R_1 and R_5 are each 12-22C alkyl or alkenyl; R_2 and R_3 are each methyl, ethyl, etc.; R_4 and R_6 are each 11-21C alkyl or alkenyl; X is halogen, CH_3SO_3 , etc.; m is 2 or 3), with the weight ratio A/B=(98:2)-(2:98) and a total of the components A and B accounting for 4-40wt.% of the final finish.

**(54) GLASS FIBER BASE MATERIAL AND GLASS FIBER-REINFORCED RESIN LAMINATE USING THE SAME**

- (11) 3-287869 (A) (43) 18.12.1991 (19) JP
 (21) Appl. No. 2-87521 (22) 3.4.1990
 (71) NITTO BOSEKI CO LTD (72) SUKEJI MURAKOSHI
 (51) Int. Cl⁵. D06M13/513, B32B15/08, C08J5/08, D06M15/643//C03C25/02, C08L63/00, D06M101/00

PURPOSE: To provide the title base material excellent in heat resistance and dimensional stability, with delamination, etc., suppressed even if subjected to high-temperature soldering treatment, composed of glass fibers with both silane coupling agent and silicone oil stuck to their surfaces.

CONSTITUTION: The objective base material composed of glass fibers with pref. 0.01-0.2wt.% of a silane coupling agent [e.g. vinyltrichlorosilane, vinyltris(2-methoxy)silane] and pref. 0.01-0.3wt.% of a silicone oil (e.g. dimethylpolysiloxane) stuck to their surfaces.

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平3-287867

⑬ Int. Cl.⁸

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成3年(1991)12月18日

D 06 M 13/46
15/643

9048-3B
9048-3B
9048-3B
9048-3B

D 06 M 13/46
15/643

審査請求 未請求 請求項の数 4 (全7頁)

⑮ 発明の名称 柔軟仕上剤

⑯ 特 願 平2-86983

⑰ 出 願 平2(1990)3月30日

⑱ 発 明 者 山 村 正 明 栃木県宇都宮市戸祭台56-6
⑱ 発 明 者 猪 腰 淳 一 栃木県宇都宮市今泉町3009-1 スカイハイツ恵503
⑱ 発 明 者 白 土 和 隆 栃木県芳賀郡市貝町市塙4594 花王城見寮C-305
⑲ 出 願 人 花 王 株 式 会 社 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号
⑳ 代 理 人 弁 理 士 古 谷 肇

可 利 用 性

1. 発明の名称

柔軟仕上剤

2. 特許請求の範囲

1 以下に示す(a)~(d)成分を必須とする水性分

散物からなり、(a)~(d)成分の重量比が

(a) / [(a) + (b) + (c) + (d)] = 0.2 / 100 ~ 5 / 100

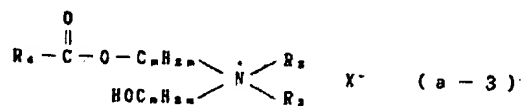
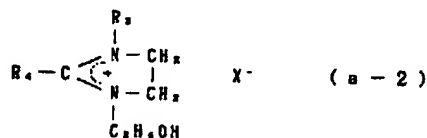
(b) / [(a) + (b) + (c) + (d)] = 5 / 100 ~ 90 / 100

(c) / [(a) + (b) + (c) + (d)] = 0.2 / 100 ~ 18 / 100

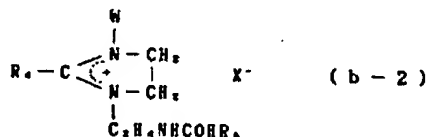
(d) / [(a) + (b) + (c) + (d)] = 5 / 100 ~ 90 / 100

であり、(a)~(d)成分を総量で4~40重量%含有してなる柔軟仕上剤。

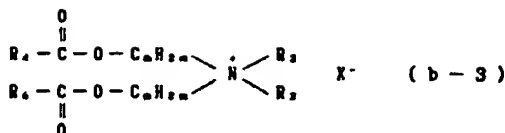
(a)成分：下記(a-1)~(a-3)の中から選ばれる1種又は2種以上の化合物



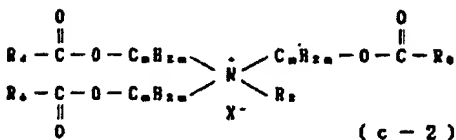
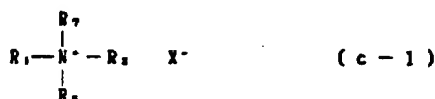
(b)成分：下記(b-1)~(b-3)の中から選ばれる1種又は2種以上の化合物



特開平3-287867 (2)



(c)成分：下記(c-1)及び(c-2)から選ばれる1種又は2種以上の化合物



(式中、

$\text{R}_1, \text{R}_2, \text{R}_7$ ：炭素数12～22のアルキル基又はアルケニル基

R_3, R_4 ：メチル基、エチル基、ヒドロキシ-エチル基又はヒドロキシプロピル基

m ：2又は3

を意味する。]

2 (a)成分が(a-3)、(b)成分が(b-3)、(c)成分が(c-2)で表される化合物である請求項1記載の柔軟仕上剤。

3 更に、ジメチルポリシロキサン及び/又は部分的にアミノ基又はポリオキシアルキレン基で変性されたジメチルポリシロキサンを(a)～(d)成分総量に対して0.3～5重量%含有したる請求項1又は2記載の柔軟仕上剤。

4 変性されたジメチルポリシロキサンが、部分的にポリオキシアルキレン基で変性されたジメチルポリシロキサンである請求項3記載の柔軟仕上剤。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、柔軟仕上剤に関し、詳しくは各種の繊維に対して、優れた柔軟性及び弾力性(ふっくら感)を付与できる液体柔軟仕上剤に関するものである。

$\text{R}_1, \text{R}_2, \text{R}_3$ ：炭素数11～21のアルキル基又はアルケニル基

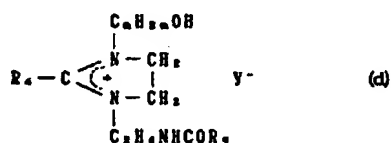
W ：メチル基又はエチル基

X ：ハロゲン、 CH_3SO_3 又は $\text{C}_2\text{H}_5\text{SO}_3$

m ：2又は3

を意味する。]

(d)成分：下記一般式(d)で表される化合物



(式中、

R_1 ：炭素数11～21のアルキル基又はアルケニル基

Y ：Cl, Br, $\text{R}_{10}\text{OSO}_3$ (R_{10} ： CH_3 又は C_2H_5)、



炭素数8～18のアルキル基又はアルケニル基)

(従来の技術及び発明が解決しようとする課題)

現在、家庭用柔軟仕上剤として市販されている商品は殆どが1分子中に1～2個の長鎖アルキル基を有する第4級アンモニウム塩を主成分とした組成物である。この理由としては第4級アンモニウム塩は少量で各種繊維に対して良好な柔軟効果を有するからである。

上記の第4級アンモニウム塩は、木綿類に対しては著しい柔軟効果を有しているが、アクリル系、ポリエステル系、ポリアミド系などの合成繊維に対しては効果が十分とはいえず、更に高濃度で処理すると衣料の弾力性が低下し、風合いが損なわれてしまうことがある。

また、長期保存をする場合は、特に低温で増粘したり、ゲル状になったり、分離したりすることがある。

このため柔軟成分以外の各種のポリオキシアルキレン系の非イオン活性剤や電解質、溶剤を必要とし、これらを配合して安定化を行なっているものが多いが、未だ効果は充分でない。

(課題を解決するための手段)

本発明者らは、上記欠点を解決すべく鋭意研究の結果、本発明に至った。

すなわち本発明は、以下に示す(a)~(d)成分を必須とする水性分散物からなり、(a)~(d)成分の重量比が、

$$(a) / [(a) + (b) + (c) + (d)] = 0.2 / 100 \sim 5 / 100$$

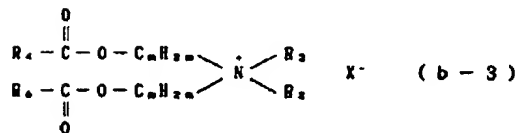
$$(b) / [(a) + (b) + (c) + (d)] = 5 / 100 \sim 90 / 100$$

$$(c) / [(a) + (b) + (c) + (d)] = 0.2 / 100 \sim 18 / 100$$

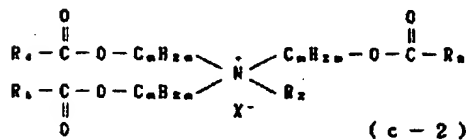
$$(d) / [(a) + (b) + (c) + (d)] = 5 / 100 \sim 90 / 100$$

であり、(a)~(d)成分を総量で4~40重量%含有してなる柔軟仕上剤を提供するものである。

(a)成分：下記(a-1)~(a-3)の中から選ばれる1種又は2種以上の化合物



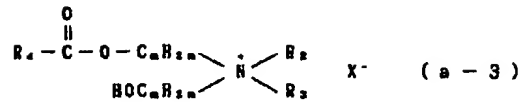
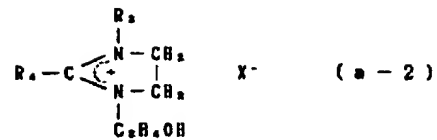
(b)成分：下記(b-1)~(b-3)の中から選ばれる1種又は2種以上の化合物



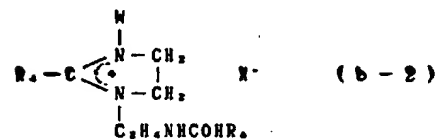
(式中、

R_1, R_2, R_3 ：炭素数12~22のアルキル基又はアルケニル基

R_4, R_5 ：メチル基、エチル基、ヒドロキシエチル基又はヒドロキシプロピル基



(b)成分：下記(b-1)~(b-3)の中から選ばれる1種又は2種以上の化合物



R_1, R_2, R_3 ：炭素数11~21のアルキル基又はアルケニル基

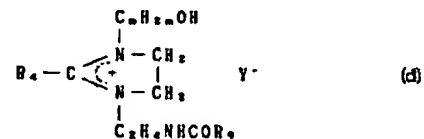
W ：メチル基又はエチル基

X ：ハロゲン、 CH_3SO_3 又は $C_2H_5SO_3$

n ：2又は3

を意味する。)

(d)成分：下記一般式(d)で表される化合物



(式中、

R_1 ：炭素数11~21のアルキル基又はアルケニル基

Y ：Cl, Br, R_2OSO_3 (R_2 ： CH_3 又は C_2H_5)、

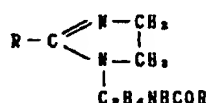
$CH_3 - \text{C}_6\text{H}_4 - SO_3$ 又は $R_3OP(O_3)$ (R_3 ：炭素数8~18のアルキル基又はアルケニル基)

n : 2又は3

を意味する。]

本発明の(a)成分、(b)成分及び(c)成分は公知の方法により得ることができる。本発明に用いられる化合物としては、特に上記各式中の R_1 、 R_2 、 R_3 が炭素数16~22のアルキル基又はアルケニル基、 R_4 、 R_5 、 R_6 が炭素数15~21のアルキル基又はアルケニル基であることが好ましい。

本発明の(d)成分の環状化合物はイミダゾリン系化合物として知られており、ジエチレントリアミンと炭素数12~22の脂肪酸の脱水環化反応により得られる下記式



(R : 炭素数11~21のアルキル基又はアルケニル基)

の構造で表される化合物を所定量のプロトン酸で中和した後、エチレンオキシド又はプロピレ

(a)成分~(d)成分の配合比率は重要であり、上記の範囲を逸脱すると衣料素材によっては十分な柔軟効果と弾力性を発現することができない。すなわち、(a)成分~(d)成分の合計量に対し、(a)成分が0.2重量%未満の時や、(c)成分が18重量%より多い場合は木綿に対する効果が低下し、一方(a)成分が5重量%より多かたり、(c)成分が0.2重量%未満の場合は化繊に対する効果が低下する。(b)成分が5重量%未満では化繊でも木綿でも効果が低下する。また、(d)成分が5重量%未満では弾力性が低下する。

(a)成分~(d)成分を必須とする柔軟仕上剤を製品化する際、製品の粘性及びハンドリング性を考慮すると(a)成分~(d)成分の総量は4~40重量%、好ましくは6~30重量%、特に好ましくは10~30重量%である。

本発明の柔軟仕上剤に、更にジメチルポリシロキサン、部分的にアミノ基又はポリオキシアルキレン基で変性されたジメチルポリシロキサン等のシリコン化合物、特に好ましくは部分

ンオキシドを付加させ得ることができる。本構造の化合物は合成中又は保存中に一部開環した構造の化合物を与えるが、これら開環化合物は20重量%以下、好ましくは10重量%以下に抑えることが望ましい。

(d)成分を得るために使用する脂肪酸としては硬化牛脂組成の脂肪酸やステアリン酸等の炭素数16~22の飽和又は不飽和脂肪酸が柔軟性や弾力性の点で最も好ましい。

本発明において(a)~(d)成分の配合比率は柔軟性能、弾力性、保存安定性の点で重要である。

本発明において各成分の配合比率は、

(a) / [(a) + (b) + (c) + (d)] = 0.2 / 100 ~ 5 / 100、
好ましくは0.5 / 100 ~ 3 / 100であり、

(b) / [(a) + (b) + (c) + (d)] = 5 / 100 ~ 90 / 100、
好ましくは10 / 100 ~ 70 / 100であり、

(c) / [(a) + (b) + (c) + (d)] = 0.2 / 100 ~ 18 / 100、
好ましくは0.5 / 100 ~ 8 / 100であり、

(d) / [(a) + (b) + (c) + (d)] = 5 / 100 ~ 90 / 100、
好ましくは10 / 100 ~ 70 / 100である。

的にポリオキシアルキレン基で変性されたジメチルポリシロキサンを配合することにより吸水性能が損なうことなく柔軟処理された衣料の肌ざわりを改良できる。これらのシリコン化合物は(a)成分~(d)成分総量に対し0.3~5重量%配合されるのが好ましい。

本発明の柔軟仕上剤は、従来広く用いられている(b)成分単独の柔軟仕上剤と比較すると柔軟効果はほぼ同等であるが、驚くべきことに弾力性のある柔らかさが得られることが分かった。

本発明の組成物を水系液体柔軟仕上剤とする際には粘度の調整のために塩化ナトリウム、塩化カルシウム、塩化マグネシウム等の無機電解質を0.05~0.4重量%添加するのが望ましい。

本発明の柔軟仕上剤は長期保存に対して安定性は高いが、更に苛酷な保存条件下での安定化のためにポリオキシエチレン(5~50モル)アルキル又はアルケニル(C_{12-24})エーテル等のノニオン界面活性剤、プロピレングリコールやエチレングリコールのような溶剤又は尿素などを

配合することができる。また、柔軟基剤として既知のエステル、非イオン酸またはカチオン化合物、長鎖アルコール、長鎖脂肪酸等を併用してもよい。

また、製品の外観のために顔料又は染料を、仕上がり白さのために蛍光増白剤を、そして使用時及び仕上がり後のために香料を配合することもできる。

(発明の効果)

本発明の柔軟仕上剤は各種繊維に対して、十分な柔軟性、帯電防止性を与え、且つ優れた弾力性を付与し得る。

(実施例)

次に本発明を実施例をもって詳述するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

実施例及び比較例で用いた(a)~(d)成分を以下に示す。

表 2 (a)成分の組成

化合物No.	一般式	$R_1 \sim R_4$, X 及び n
b-11	b-1	R_1, R_2 : 硬化牛脂アルキル R_3, R_4 : メチル X: Cl
b-21	b-2	R_1 : メチル X: CH_3SO_4 R_2, R_3 : $C_{17}H_{35}$
b-31	b-3	R_1 : メチル X: CH_3SO_4 R_2 : ヒドロキシエチル n: 2 R_3, R_4 : オレイン酸残基
b-32	b-3	R_1 : メチル R_2 : ヒドロキシエチル X: Cl R_3, R_4 : $C_{17}H_{35}$ n: 2

表 1 (a)成分の組成

化合物No.	一般式	$R_1 \sim R_4$, X 及び n
a-11	a-1	R_1 : 硬化牛脂アルキル R_2, R_3 : メチル X: Cl
a-12	a-1	R_1 : ステアリル R_2 : ヒドロキシエチル R_3 : メチル X: CH_3SO_4
a-21	a-2	R_1 : メチル R_2 : $C_{17}H_{35}$ X: Cl
a-31	a-3	R_1 : ヒドロキシエチル R_2 : メチル X: CH_3SO_4 R_3 : オレイン酸残基 n: 2
a-32	a-3	R_1 : ヒドロキシエチル R_2 : メチル X: Cl R_3 : $C_{17}H_{35}$ n: 2

表 3 (c)成分の組成

化合物No.	一般式	$R_1, R_2, R_3 \sim R_6$, X 及び n
c-11	c-1	R_1, R_2, R_3 : 硬化牛脂アルキル R_4 : メチル X: Cl
c-21	c-2	R_1, R_2, R_3 : オレイン酸残基 R_4 : メチル X: CH_3SO_4 n: 2
c-22	c-2	R_1, R_2, R_3 : $C_{17}H_{35}$ R_4 : メチル X: Cl n: 2

表 4 (d)成分の組成

化合物No.	一般式	R_1, Y 及び n
d-1	(d)	R_1 : 硬化牛脂脂肪酸残基 Y: Cl n: 2
d-2	(d)	R_1 : $C_{17}H_{35}$ Y: Cl n: 2
d-3	(d)	R_1 : $C_{17}H_{35}$ Y: $C_{12}H_{25}OP0_3$ n: 3

実施例 1~12

表5に示す配合の組成物について、以下の方法により柔軟性、弾力性の評価を行った。

<柔軟性、弾力性の評価>

(1) 処理方法

市販の本綿タオル2kg、アクリルジヤージ-1kgを3.5°DH硬水にて市販洗剤アタック（花王株式会社製、登録商標）にて5回繰り返し洗濯（30ℓ洗濯機）をし、各繊維についていた繊維処理剤を除去した後、表4の配合組成物を有効成分として1.5gを投入し、25℃、1分間攪拌下で処理した。

なお、いずれの配合の場合もポリオキシエチレン炭性ジメチルポリシロキサンを(a)~(d)成分の総量に対して1重量%配合した。

(2) 評価方法

上記方法で処理した布を室内で風乾後、25℃、65%RHの恒温恒湿室にて24時間放置した。

これらの布について柔軟性、弾力性の評価を行った。

柔軟性及び弾力性の評価は、ジ水素添加牛脂アルキルジメチルアンモニウムクロライド15重量%からなる柔軟剤10ccで処理した布を対照にして一対比較を行った。評価は次のように表す。

+2：対照より柔らかい又は弾力性が高い
+1：対照よりやや柔らかい又は弾力性がやや高い

0：対照と同じ

-1：対照がやや柔らかい又は対照より弾力性がやや低い

-2：対照が柔らかい又は対照より弾力性が低い

表5に示すように、本発明の化合物を使用することにより、柔軟性と弾力性の両者を満足する効果が得られる。

表 5 柔軟性、弾力性

		配 合 及 び 配 合 量 ¹⁾ (カッコ内)					性 能	
		(a) 成 分	(b) 成 分	(c) 成 分	(d) 成 分	配合量 ¹⁾	柔軟性	弾力性
実 施 例	1	a-11 (1)	b-11 (25)	c-11 (2)	d-1 (72)	18	0	+2
	2	a-11 (2)	b-11 (27)	c-11 (1)	d-1 (70)	18	+1	+1
	3	a-11 (1)	b-11 (25)	c-11 (1)	d-2 (73)	18	0	+1
	4	a-11 (3)	b-11 (60)	c-11 (2)	d-1 (35)	18	+1	+1
	5	a-12 (2)	b-21 (40)	c-11 (4)	d-2 (54)	18	0	+1
	6	a-21 (2)	b-21 (25)	c-11 (3)	d-1 (70)	18	+1	+1
	7	a-31 (3)	b-31 (25)	c-21 (8)	d-1 (64)	24	+1	+2
	8	a-31 (3)	b-31 (40)	c-21 (8)	d-1 (49)	24	0	+2
	9	a-31 (3)	b-31 (25)	c-21 (6)	d-2 (66)	24	+1	+2
	10	a-31 (3)	b-31 (25)	c-21 (6)	d-1 (66)	18	+1	+2
	11	a-32 (2)	b-32 (25)	c-22 (5)	d-1 (68)	18	0	+2
	12	a-32 (2)	b-32 (25)	c-22 (5)	d-2 (68)	18	0	+2
比 較	1	-	-	-	d-1 (100)	15	-1	-1
	2	-	b-11 (100)	-	-	15	0	0
例	3	-	b-11 (50)	-	d-2 (50)	15	0	0

注)

1) (a)~(d)成分は(a)~(d)成分総量中の割合 (重量%)

2) 柔軟仕上剤中の(a)~(d)成分の総量 (重量%)

実施例13～15、比較例4、5

表6に示す配合の組成物について弾力性を評価するため、木綿タオルの積み上げ高さを測定した。

<弾力性の評価>

実施例1～12と同様に処理した木綿タオルを8つ折りにして3枚重ねて積み上げ、5g/cm²の圧力で5分間加圧した後、圧力を取り除き、タオルの高さを測定した。タオルの高さが高い程、弾力性は良好である。

表 6 弾力性の評価 (タオルの積み上げ高さ)

		配 合	弾 力 性 (タオルの 高さ, cm)
実 施 例	13	実施例4と同じ	9.5
	14	実施例8と同じ	9.7
	15	実施例11と同じ	9.6
比 較 例	4	比較例1と同じ	8.9
	5	比較例3と同じ	8.9